

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
22. Mai 2003 (22.05.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 03/041896 A2

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **B22D 27/00**

(21) Internationales Aktenzeichen: **PCT/EP02/12668**

(22) Internationales Anmeldedatum:
13. November 2002 (13.11.2002)

(25) Einreichungssprache: **Deutsch**

(26) Veröffentlichungssprache: **Deutsch**

(30) Angaben zur Priorität:
101 56 336.1 16. November 2001 (16.11.2001) **DE**

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **ALD VACUUM TECHNOLOGIES GMBH**
[DE/DE]; Wilhelm-Rohn-Strasse 35, 63450 Hanau (DE).

GFE METALLE UND MATERIALIEN GMBH
[DE/DE]; Höfener Strasse 45, 90431 Nürnberg (DE).
GKSS-FORSCHUNGSZENTRUM GEESTHACHT GMBH
[DE/DE]; Max-Planck-Strasse, 21502 Geesthacht (DE).

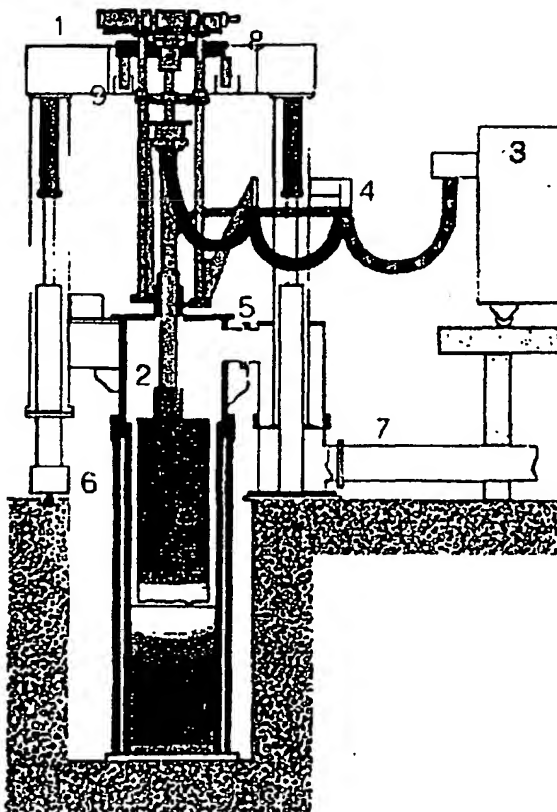
(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **BLUM, Matthias**
[DE/DE]; Furtwiese 19, 63654 Büdingen (DE). **JAR-
CZYK, Georg** [DE/DE]; Albert-Schweizer-Strasse
20, 63538 Grosskrotzenburg (DE). **CHATTERJEE,**
Anita [DE/DE]; Glockendonstrasse 16, 90429 Nürnberg
(DE). **FÜRWITT, Willy** [DE/DE]; Narzissenstrasse 21,
90768 Fürth (DE). **GÜTHER, Volker** [DE/DE]; Saar-
länder Strasse 3, 90559 Burghann (DE). **CLEMENS,**
Helmut [AT/DE]; Soltaustrasse 17, 21029 Hamburg

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: **METHOD FOR PRODUCING ALLOY INGOTS**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON LEGIERUNGS-INGOTS**



(57) Abstract: The invention relates to a method for producing metallic and intermetallic alloy ingots by continuously or quasi-continuously drawing billets out of a cold-wall induction crucible. The invention is characterized in that the alloy material is continuously or quasi-continuously supplied in a molten and pre-homogenized state to a cold-wall induction crucible.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots durch kontinuierlichen oder quasi-kontinuierlichen Strangabzug aus einem Kaltwand-Induktionstiegel, dadurch gekennzeichnet, daß das Legierungsmaterial in schmelzflüssigem und vorhomogenisiertem Zustand kontinuierlich oder quasi-kontinuierlich einem Kaltwand-Induktionstiegel zugeführt wird.



(DE). **DANKER, Heinz** [DE/DE]; Tannenweg 6B, 21502 Geesthacht (DE). **GERLING, Rainer** [DE/DE]; Blocksberg 8, 21465 Reinbek (DE). **SASSE, Friedhelm** [DE/DE]; Am Stadtfeld 15, 21447 Handorf (DE). **SCHIMANSKY, Frank-Peter** [DE/DE]; Bellevueberg 23A, 21502 Geesthacht (DE).

(74) **Anwälte:** **ABITZ, Walter** usw.; Abitz & Partner, Poschingerstrasse 6, 81628 München (DE).

(81) **Bestimmungsstaaten (national):** AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Verfahren zur Herstellung von Legierungs-Ingots

5

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein neues schmelzmetallurgisches Verfahren zur
10 kostengünstigen Herstellung von Blöcken aus metallischen und intermetallischen
Legierungen (Ingots) mit hoher chemischer und struktureller Homogenität,
insbesondere Ingots aus γ -TiAl.

Die intermetallischen Legierungen auf γ -TiAl-Basis haben im Jahr 2000 in den
15 Bereichen Luft- und Raumfahrt sowie dem Automobilrennsport den Sprung vom
Entwicklungslabor in die industrielle Anwendung vollzogen. Die vorteilhaften
Hochtemperatureigenschaften in Kombination mit einem geringen Gewicht
ermöglichen deren Einsatz in der Luft- und Raumfahrt. Die hohe Temperatur- und
Korrosionsbeständigkeit macht den Werkstoff für schnell bewegliche Bauteile in
20 Maschinen, z.B. für Ventile in Verbrennungsmotoren oder für Schaufeln in
Gasturbinen interessant. Die Eigenschaften dieses Werkstoffs hängen dabei in
einem bisher bei Strukturwerkstoffen nicht bekanntem Maße von der chemischen
und strukturellen Homogenität ab. Demzufolge ist die Herstellung von entsprechend
hochqualitativen Ingots technisch sehr anspruchsvoll und teuer. Homogene Ingots
25 werden für verschiedene Prozeßrouten zur Herstellung weiterer Halbzeuge oder
Bauteile aus TiAl als Ausgangsmaterial benötigt (vgl. H. Clemens und H. Kestler
(2000), Advanced Engineering Materials 9, 551; Y.-W. Kim (1994), JOM 46 (7), 30
sowie P.A. Bartolotta und D.L. Krause (1999) in Gamma Titanium Aluminides, ed. Y.-
W. Kim, D. M. Dimiduk and M.H. Loretto, (TMS Warrendale, PA, USA 1999); 3-10).

30

Die gegenwärtig verwendeten technischen Legierungen auf γ -TiAl Basis sind
mehrphasig aufgebaut und enthalten neben dem geordneten tetragonalen γ -TiAl als
Hauptphase das geordnete hexagonale α_2 -Ti₃Al, typischerweise mit einem Anteil von
5-15 vol.-%. Refraktärmetalle als Legierungselemente können zur Ausbildung einer

- metastabilen α -Phase führen, die entweder als β -Phase (ungeordnet) bzw. als β_2 -Phase (geordnet) auftritt. Diese Legierungszusätze verbessern die Oxidationsbeständigkeit und Kriechfestigkeit. Si, B und C dienen in geringen Mengen zur Festigkeitssteigerung des Gußgefüges (vgl. B. Inkson und H. Clemens (1999), MRS Symp. Proc. 552, KK3.12; S. Huang, E. Hall, D. Shuh (1991), ISIJ International 31 (10), 1100 und Y.-W. Kim und D.M. Dimiduk (1991), JOM 8, 40). Entsprechende C-Gehalte können zu Ausscheidungshärtung führen (vgl. V. Güther, A. Otto, H. Kestler und H. Clemens, (1999) in Gamma Titanium Aluminides, ed. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk and M.H. Loretto, (TMS Warrendale, PA, USA 1999), 225-230). Die Legierungselemente Cr, Mn und V erhöhen die Raumtemperaturduktilität des ansonsten sehr spröden TiAl. Die Legierungsentwicklung hat je nach Anwendungsprofil zu einer Reihe unterschiedlicher Legierungsvarianten geführt, die weiter unten noch ausführlicher beschrieben werden.
- 15 TiAl-Legierungen werden üblicherweise durch mehrfaches Umschmelzen im Vakuum-Lichtbogenofen (s. Figur 1) als Ingots hergestellt (VAR-Vacuum Arc Remelting). Dabei wird eine gepresste Elektrode, die alle Legierungsbestandteile enthält, unter Vergrößerung ihres Durchmessers abgeschmolzen. Eine grundsätzliche Problematik ergibt sich durch auftretende Inhomogenitäten in der Legierungszusammensetzung von γ -TiAl Ingots. Ein Vergleich des Al-Gehalts in zweifach und dreifach umgeschmolzenem γ -TiAl Ingotmaterial zeigt, daß noch in zweifach umgeschmolzenem γ -TiAl Ingot lokale Schwankungen des Al-Gehaltes von ± 2 at.% beobachtet werden (s. Figur 2). Zur Einstellung einer ausreichenden Legierungshomogenität ist ein dreifaches Umschmelzen in der VAR Anlage notwendig (vgl. V. Güther, A. Otto, H. Kestler und H. Clemens, (1999) in Gamma Titanium Aluminides, ed. Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk and M.H. Loretto, (TMS Warrendale, PA, USA 1999), 225-230; V. Güther, Properties, processing and applications of γ -TiAl, Proc. 9th Ti World Conference, 08-11.06.1999, St. Petersburg und V. Güther, H. Kestler, H. Clemens und R. Gerling, Recent Improvements in γ -TiAl Ingot Metallurgy, Proc. Of the Aeromat 2000 Conference and Exhibition, (Seattle, WA, June 2000).

Im Gegensatz zu Titanlegierungen (Ingotsdurchmesser bis 1,5 m) sind die verarbeitbaren Durchmesser bei γ -TiAl aufgrund der limitierten Umformbarkeit auf

deutlich kleinere Werte begrenzt. Gegenwärtig werden vom Markt sogar hauptsächlich Ingots mit lediglich ca. 200 mm Durchmesser angefragt.

Pro Schmelze findet unter Anwendung der VAR-Technik eine
5 Durchmesserergrößerung von ca. 40 mm statt. Das bedeutet für einen
Enddurchmesser von ca. 200 mm, daß von Preßelektroden mit maximal ca. 60 mm
Durchmesser ausgegangen werden muß, deren Porosität bei ca. 40 % liegt. Der
kleine Durchmesser limitiert die Festigkeit der Preßelektrode und damit die mögliche
einsetzbare Länge auf ca. 1,5 m (entspricht einer Gesamtmasse von ca. 18 kg). Je
10 kleiner die Durchmesser der ersten Preßelektrode sind, um so höher sind die
Herstellungskosten, da pro Schmelzyklus weniger Material erschmolzen werden
kann. Für einen dreifach geschmolzenen VAR-Ingot mit einem Durchmesser von 180
mm und einer Länge von 1000 mm sind –entsprechend einer industriellen
Ausgestaltung– gemäß dem Stand der Technik –insgesamt 10 Einzelschmelzen
15 erforderlich (6 Erstschmelzen, 3 Zweitschmelzen, 1 Drittschmelze), die einen hohen
Kostenaufwand verursachen. Der Materialverlust (Lunker, etc.) pro Ingot beträgt
derzeit 35%. Zudem bietet das herkömmliche Herstellungsverfahren keine Flexibilität
in der Wahl des Ingot-Durchmessers.

20 Alternative Herstellungsmöglichkeiten für Titanlegierungsingots sind das
Elektronenstrahlschmelzen im Kalten Herd sowie das Plasmaschmelzen (PACHM =
Plasma Arc Cold Hearth Melting). Während das Elektronenstrahlschmelzen (s. Figur
3 oben) nur für reines unlegiertes Titan industrielle Anwendung gefunden hat, wird
das PACHM-Verfahren (s. Figur 3, unten) zur Herstellung von Titanlegierungen und
25 auch γ -TiAl-Ingots eingesetzt. Hier wird das Ausgangsmaterial im kalten Tiegel
durch einen Plasmabrenner aufgeschmolzen und die flüssige Schmelze über ein mit
Plasmabrennern befeuertes Rinnensystem einem ebenfalls Plasma-beheizten
Strangabzug zugeführt. Dieses Verfahren hat bislang zu unzureichender
Legierungshomogenität geführt, was auf die Grenzen des Verfahrens zurückgeführt
30 werden kann (vgl. W. Porter, Proceedings of 3rd Int. Symp. Structural Intermetallics,
ed. K.J. Hemker et.al., TMS Warrendale 2001, S. 201). Auch das zusätzliche
Anbringen einer Induktionsspule zur besseren Homogenisierung der Schmelze im
Plasma-beheizten Strangabzug führte nicht zum gewünschten Erfolg (vgl. M. Loretto,
Titanium 95, Science and Technologies; A.L. Dowson et. al., in Gamma Titanium

Aluminides (1995), ed. Y-W. Kim. R. Wagner and M. Yamaguchi (TMS Warrendale, PA, USA 1995), 467-474; M. Volas, Industrial initiatives in wrought orthorhombic and gamma TiAl mill products; Proc. of the Aeromat 2000 Conference and Exhibition, Seattle, WA, June 2000).

5

Darüber hinaus ist die Herstellung von γ -TiAl Basislegierungen mittels Kokillenguß aus einem Kaltwand-Induktions- bzw. Plasmaofen oder mittels Inertgas Verdüsung aus einem Kaltwandtiegel zu γ -TiAl-Pulver und pulvermetallurgischer Weiterverarbeitung technisch realisiert. Diese Alternativen führten bislang zu einer unzureichenden Mikrostruktur (Porosität beim Kokillenguß) bzw. zu hohen Kosten (Pulvermetallurgie).

10

Stellvertretend für den Stand der VAR-Technik wird auf die US-Patentschriften 5 846 351, 5 823 243, 5 746 846 und 5 492 574 verwiesen.

15

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur reproduzierbaren Herstellung von γ -TiAl Ingots hoher chemischer Homogenität und geringer Porosität zur Verfügung zu stellen, welches einfacher und kostengünstiger durchgeführt werden kann als das oben beschriebene VAR-Verfahren, bei welchem zahlreiche Schmelzschnitte notwendig sind, um die gewünschte hohe Homogenität und geringe Porosität zu erreichen. Darüber hinaus soll das Verfahren die Möglichkeit bieten, die Dimensionen der Legierungs-Ingots unter Umgehung der oben beschriebenen Beschränkungen des VAR-Verfahrens im technisch sinnvollen Bereich beliebig einzustellen.

25

Gelöst wird diese Aufgabe durch ein Verfahren zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots durch kontinuierlichen und quasi-kontinuierlichen Strangabzug aus einem Kaltwand-Induktionstiegel, indem das Legierungsmaterial in schmelzflüssigem und vorhomogenisiertem Zustand kontinuierlich oder quasi-kontinuierlich einem Kaltwand-Induktionstiegel zugeführt wird (siehe Figur 4).

30

Das Stranggußverfahren zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots hoher Homogenität und geringer Porosität ist durch die folgenden chronologisch aufgeführten Schritte gekennzeichnet:

- (i) Herstellung von Elektroden durch übliches Vermischen und Verpressen der ausgewählten Ausgangsstoffe,
- (ii) Mindestens einmaliges Umschmelzen der in Stufe (i) erhaltenen Elektroden durch ein übliches schmelzmetallurgisches Verfahren,
- 5 (iii) Induktives Abschmelzen der in Stufe (i) und (ii) erhaltenen Elektroden in einer Hochfrequenzspule,
- (iv) Homogenisieren der in Stufe (iii) erhaltenen Schmelze in einem Kaltwand-Induktionstiegel, und
- (v) Abziehen der Schmelze unter Kühlung aus dem Kaltwand-Induktionstiegel von
- 10 Stufe (iv) in Form von erstarrten Blöcken mit frei einstellbaren Dimensionen.

Alternativ ist auch die nachstehende Abfolge des Stranggußverfahrens zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots hoher Homogenität, geringer Porosität realisierbar (siehe Figur 5):

15

- (i) Herstellung von Elektroden durch übliches Vermischen und Verpressen der ausgewählten Ausgangsstoffe,
- (ii) Mindestens einmaliges Umschmelzen der in Stufe (i) erhaltenen Elektroden durch ein übliches schmelzmetallurgisches Verfahren,
- 20 (iii) Erzeugung eines vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials aus dem in Stufe (ii) erhaltenen Elektrodenmaterial durch Abschmelzen in einem Plasmaofen mit kaltem Tiegel,
- (iv) Homogenisieren der in Stufe (iii) erhaltenen Schmelze in einem Kaltwand-Induktionstiegel, und
- 25 (v) Abziehen der unter Kühlung erstarrten Schmelze aus dem Kaltwand-Induktionstiegel von Stufe (iv) in Form von zylindrischen Blöcken mit frei einstellbaren Durchmessern und Längen.

Das Verfahren wird vorzugsweise zur Herstellung von intermetallischen Legierungs-Ingots auf γ -TiAl Basis verwendet, wobei sich die Legierungen allgemein durch die folgende Summenformel beschreiben lassen:



Die Konzentrationen der Legierungsbestandteile liegen üblicherweise innerhalb der folgenden Grenzen (angegeben in at. %):

$$X = 100 - y - u - v - w$$

5 $y = 40$ bis 48 , vorzugsweise 44 bis 48

$u = 0,5$ bis 5

$v = 0,1$ bis 10 und

$w = 0,05$ bis 1 .

- 10 Das induktive Abschmelzen der Elektroden in Stufe (iii) erfolgt in einem Hochfrequenzfeld mit einer Frequenz von vorzugsweise 70 bis 300 kHz, insbesondere 70 bis 200 kHz und vorzugsweise bei Temperaturen von 1400°C bis 1700°C , insbesondere 1400°C bis 1600°C um ein gleichmäßiges Abtropfen zu erzielen, wird die Elektrode rotiert, wobei eine Geschwindigkeit von 4 UpM bevorzugt
- 15 wird. Die Absenkgeschwindigkeit der Elektrode ist von 0 bis 200 mm/min kontinuierlich variierbar.

- Das Verfahren wird im Falle des induktiven Abschmelzens vorzugsweise quasi-kontinuierlich durchgeführt, indem eine oder mehrere Elektroden quasi-kontinuierlich
- 20 nachgeführt werden, während gleichzeitig ein Block aus dem Kaltwandinduktionstiegel abgezogen wird.

- Die Homogenisierung der Schmelze im Kaltwandinduktionstiegel in Stufe (iv) erfolgt vorzugsweise bei einer Überhitzung von 10 bis 100 K, vorzugsweise von 40 bis 60 K.
- 25 Dies entspricht Temperaturen von 1400°C bis 1750°C , vorzugsweise 1450°C bis 1700°C , je nach Legierungszusammensetzung. Der Frequenzbereich der Spule liegt bei 4 bis 20 kHz, vorzugsweise 4 bis 12 kHz.

- Die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke in Stufe (v) erfolgt
- 30 vorzugsweise mit Hilfe von wassergekühlten Kupfersegmenten, und die Durchmesser der Blöcke liegen vorzugsweise in einem Bereich von 40 bis 350 mm, besonders bevorzugt 140 bis 220 mm.

Die Abzugsgeschwindigkeiten sind zwischen 5 bis 10 mm/min einstellbar. Dabei muß die Abzugsrate auf die Abtropfrate (Stufe iii) abgestimmt sein. Diese kann bei ca. 50 kg/h liegen.

- 5 Durch das vorliegende erfindungsgemäße Verfahren ist es möglich, neue intermetallische Legierungs-Ingots auf γ -TiAl-Basis herzustellen, die sich durch eine neue Kombination von Dimensionsabmessungen einerseits und Homogenität andererseits auszeichnen. Die Erfindung betrifft daher auch intermetallische Legierungs-Ingots auf γ -TiAl-Basis, die gekennzeichnet sind durch

10

- (a) ein Verhältnis von Länge zu Durchmesser von >12 ,
- (b) eine Homogenität, bezogen auf lokale Schwankungen des Aluminiums und Titans von $< \pm 0,5$ at.%; weitere metallische Legierungsbestandteile: $\pm 0,2$ at.%; nichtmetallische Legierungszusätze (Bor, Kohlenstoff, Silizium) $\pm 0,05$ at.%.

15

Das Kernstück des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht in der kontinuierlichen oder quasi-kontinuierlichen Zuführung einer vorhomogenisierten Schmelze des Legierungsmaterials in einen Kaltwand-Induktionstiegel (KIT). Im Rahmen der
20 vorliegenden Erfindung wurde überraschenderweise festgestellt, daß es beim Aufschmelzen des zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-Ingots dienenden Elektrodenmaterials zu einer beträchtlichen Homogenisierung des Materials kommt, so daß ein einzelner anschließender Homogenisierungsschritt im Kaltwand-Induktionstiegel ausreicht, um mittels dieser
25 beiden Schritte eine weitestgehende Homogenisierung zu erreichen, wie sie beim VAR-Verfahren vergleichsweise nur mit sehr vielen Umschmelzstufen erreicht werden kann. Das erfindungsgemäße Verfahren ist damit im Vergleich zu dem bislang verwendeten VAR-Verfahren wesentlich einfacher und kostengünstiger.

- 30 Damit verliert der KIT auch seine dem Stand der Technik entsprechende Hauptfunktion, nämlich das Aufschmelzen von Material, das stets im festen Aggregatzustand in den KIT chargiert wird. Es ist ein wesentlicher Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens, dass die während des Aufschmelzens von festen, mehrphasig aufgebauten Legierungen im KIT stets beobachteten

Seigerungserscheinungen als Ursache für Inhomogenitäten des Endmaterials nicht auftreten, da das Material bereits im flüssigen Zustand in den KIT gelangt.

Als weiterer Vorteil zeigt sich, dass der für eine Homogenisierung der bereits
5 schmelzflüssigen Legierung vorteilhafte Frequenzbereich der Induktionsspule höher liegt als der für das Aufschmelzen einer festen Legierung vorteilhafte Frequenzbereich. Überraschenderweise kann dadurch die Randporosität des aus der erstarrenden Schmelze im KIT abgezogenen Blockes maßgeblich verringert und damit die Blockqualität erhöht werden.

10

Ein besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß durch die im technisch sinnvollen Rahmen frei wählbaren Dimensionen des Kaltwandinduktionstiegels alle erforderlichen Dimensionen der Legierungs-Ingots realisiert werden können, was durch die VAR-Technologie nicht gewährleistet ist.

15

Das Verfahren wird vorzugsweise im Vakuum oder unter Schutzgas ausgeführt, und nicht verunreinigte Produktionsabfälle können in das Verfahren zurückgeführt werden. Der Materialverlust beträgt entsprechend einer erfindungsgemäßen technischen Ausgestaltung noch 12 % im Vergleich zu 35 % mit der herkömmlichen
20 VAR-Technologie.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist eine Realisierung von lokalen (makroskopischen) Schwankungen der Hauptlegierungselemente Aluminium und Titan von $< \pm 0,5 \text{ at.}\%$; weitere metallische Legierungsbestandteile : $\pm 0,2 \text{ at.}\%$;
25 festigkeitssteigernde Elemente (Bor, Kohlenstoff, Silizium): $\pm 0,05 \text{ at.}\%$; über den gesamten Ingot hinweg möglich.

Als erfindungsgemäß werden auch neuartige Kombinationen aus an sich bekannten, dem Stand der Technik entsprechenden Teilverfahren angesehen, die eine
30 kontinuierliche oder quasi-kontinuierliche Zufuhr von flüssigem, vorhomogenisiertem Material in einen Kaltwand-Induktionstiegel zum Zweck des kontinuierlichen oder quasi-kontinuierlichen Strangabzugs aus dem KIT gewährleisten.

Insbesondere betrifft dies die Kombination aus einer induktiv beheizten Abschmelzeinrichtung für Legierungsstäbe bzw. Legierungselektroden (induktives Abtropfschmelzen) einen KIT mit einer Strangabzugseinrichtung und die Kombination eines Plasma-Kaltwand-Ofens mit befeuerten Rinnensystem, eines als Skull ausgebildeten Überlaufs mit besagtem KIT und besagter Strangabzugseinrichtung. 5 Beide erfindungsgemäßen Verfahrenskombinationen werden anhand von Ausgestaltungs-Beispielen weiter unten ausführlich beschrieben.

Wichtige Teilschritte dieser erfindungsgemäßen Verfahrenskombinationen, wie das 10 induktive Abschmelzen von Elektroden, das PACHM-Verfahren, das Erschmelzen von Legierungen im Kaltwand-Induktionstiegel und der Blockabzug von Legierungen aus keramischen sowie Kaltwand-Induktionstiegeln sind unter deutlich verschiedenen Randbedingungen, Zielen und Materialien bekannt und bereits zum Einsatz gekommen.

15

Das induktive Schmelzen von Metallen ist beispielsweise in den US-Patentschriften 4 923 508, 5 003 551 und 5 014 769 beschrieben. Darüber hinaus ist das induktive Abschmelzen von Elektroden auch im Zusammenhang mit der Herstellung von Titanlegierungspulver durch das sogenannte EIGA (Electrode Induction Melting Gas 20 Atomization)-Verfahren beschrieben worden (vgl. DE-A-41 02 101, DE-A-196 31 582). Bei diesem Verfahren taucht eine Legierungselektrode in eine gegen Überschlüge mit Keramik isolierte HF-Spule. Die Elektrode wird –wie im vorliegenden Fall- durch einen Oberflächenschmelzprozeß komplett aufgeschmolzen. Die Weiterverarbeitung der Schmelze erfolgt in einer Gasdüse, in der die Tropfen 25 zerstäubt werden. Dieses Verfahren dient ausschließlich zur Pulverherstellung und nicht zur Herstellung von Ingots. In der vorliegenden Beschreibung wird die Schmelze im KIT einer weiteren Homogenisierung unterzogen, bevor der Blockabzug (Ingotherstellung) erfolgt.

30 Bezüglich des Standes der Technik zum Aufschmelzen von Materialien im Kaltwandinduktionstiegel sei auf die beiden US-Patentschriften 5 892 790 und 6 144 690 verwiesen. Beide Patente befassen sich allerdings nicht mit der Ingotherstellung. Anders verhält es sich mit den Patentschriften DE-A- 198 52 747 und DE-A- 196 50 856. Der entscheidende Unterschied zwischen der Patentschriften

DE-A- 198 52 747 sowie DE-A- 196 50 856 und der vorliegenden Erfindung liegt in der Materialzufuhr. Während in dem vorliegenden Fall dem KIT vorhomogenisiertes, schmelzflüssiges Material zugeführt wird, wird der KIT in dem angegebenen Patent mit Feststoff bestückt. Das bedeutet, dass im vorliegenden Fall der Energieeintrag im

5 KIT ausschließlich zur weiteren Homogenisierung und zum Flüssighalten des Materials dient, während in der angegebenen Patentschrift das Aufschmelzen, das Homogenisieren und der Erstarrungsvorgang am selben Ort –dem KIT- stattfinden. Dies erhöht die Wahrscheinlichkeit des Auftretens von Seigerungen.

10 Der Blockabzug ist gleichfalls aus dem Stand der Technik bekannt, insbesondere aus dem keramischen Tiegel. Die mit diesem Stand der Technik befassten Patente betreffen überwiegend den Blockabzug von Buntmetallen (Cu, Messing). Die oben aufgeführten Patente DE-A- 198 52 747 und DE-A- 196 50 856 umfassen jedoch den Blockabzug aus dem Kaltwandinduktionstiegel, allerdings wird dem KIT, aus

15 dem der Blockabzug stattfindet, das Material als Feststoff zugeführt und nicht als vorhomogenisiertes, schmelzflüssiges Material. Dieser Sachverhalt kann –wie oben beschrieben- zu Homogenitätsunterschieden in dem als Block abgezogenen Material führen.

20 Die Herstellung der Elektroden erfolgt vorzugsweise durch Pressen und/oder Sintern pulverförmiger oder granulatformigen Legierungskomponenten (vgl. DE-A-196 31 582 bis –584, DE-A-198 52 747).

25 Die Zeichnungen zeigen

Fig. 1 den VAR-Prozeß für mehrfach umgeschmolzene γ -TiAl Ingots: (1) Elektrodevorschub, (2) Ofenkammer, (3) luftgekühlte Stromversorgung, (4) Sammelschiene für Kabel, (5) Elektrodenführung,

30 (6) Tiegel mit Wassermantel, (7) Teil der Vakuumeinrichtung, (8) XY_Anpassung, (9) Druckmeßdose,

Fig. 2 Abweichungen des Al-Gehaltes in Längsrichtung des Ingots nach zweifachem (schwarze Symbole) und dreifachem (graue Symbole) VAR-Umschmelzvorgang,

5 Fig. 3 Schematische Darstellung des Kalt-Wand-Elektronenstrahl-Schmelzens (oben) und des Kalt-Wand-Plasma-Schmelzens (unten)

10 Fig. 4 das erfindungsgemäße Verfahren (Beispiel 1) zur Fertigung chemisch homogener γ -TiAl Blöcke mit variablen Dimensionen: (1) rotierende Elektrode, (2) induktive HF-Spule, (3) Kaltwand-Induktionstiegel und (4) Kühlvorrichtung und Blockabzug,

15 Fig. 5 das erfindungsgemäße Verfahren (Beispiel 2) zur Fertigung chemisch homogener γ -TiAl Blöcke mit variablen Dimensionen: (1) Chargierampe, (2) Plasmabrenner, (3) Kalter Herd, (4) Kaltwand-Induktionstiegel (KIT) und (5) Kühlvorrichtung und (6) Blockabzug.

20 Zusammenfassend handelt es sich bei dem erfindungsgemäßen Verfahren um eine schmelzmetallurgische Technologie zur Herstellung chemisch und strukturell homogener Legierungs-Ingots, insbesondere von γ -TiAl-Blöcken als Ingot-Material für die Umformroute oder für Remelter-Stocks für die Gußroute. Die Technologie umfaßt die Kombination aus:

- 25 • der Herstellung von vorhomogenisiertem, schmelzflüssigem Material mit Hilfe des induktiven Abschmelzens in einer HF-Spule oder dem PACHM-Verfahren. In beiden Fällen enthält das Ausgangsmaterial die Summe aller Legierungsbestandteile, die aber nur unzureichend homogen verteilt sind,
- der Zufuhr von schmelzflüssigem Material in einen Kaltwand-Induktionstiegel
- der weiteren Homogenisierung des flüssigen (abgeschmolzenen) Materials im
30 Kaltwand-Induktions-Tiegels (KIT), und
- dem vorzugsweise kontinuierlichen Blockabzug aus dem KIT.

Die einzelnen Verfahrensschritte sollen nachfolgend noch einmal ausführlich beschrieben werden.

Zunächst erfolgt die Herstellung der Elektroden. Mit Hilfe eines üblichen schmelzmetallurgischen Verfahrens, zum Beispiel mittels der VAR-Technologie, werden gepreßte Elektroden, die alle Legierungsbestandteile (Ti-Schwamm, Al-Granalien, Vorlegierungsgranalien) enthalten, unter Vergrößerung des Durchmessers auf Stäbe mit einem Durchmesser von beispielsweise 150 mm abgeschmolzen. Es handelt sich dabei um Stäbe, die über eine geringe chemische Homogenität und eine gewisse Porosität verfügen. Diese dienen als Elektroden für den nachfolgenden Strangabzug.

10

Der erste technologische Schritt läßt sich über zwei alternative Wege –dem induktiven Abschmelzen bzw. dem PACHM-Verfahren darstellen. Beide Verfahren haben die Herstellung eines vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials zum Ziel.

15

Bei dem induktiven Abschmelzen wird die nach einem üblichen Verfahren erschmolzene Elektrode mit Hilfe einer HF-Spule (gemäß EIGA-Verfahren, siehe DE-A-41 02 101, DE-A- 196 31 582) in einen KIT induktiv abgeschmolzen. Das System Spule/Abtropfmaterial und die Form der Spule stehen in enger Wechselwirkung.

20

Gemäß den Mindestanforderungen an Abschmelzraten und Blockdurchmesser beträgt der Frequenzbereich am Außenschwingkreis 70 bis 300 kHz. Beim Einsatz von hochfrequenten Induktionsfeldern ist in der Abschmelzelektrode mit dem Auftreten eines ausgeprägten Skin效ektes zu rechnen. Dieser Effekt, in Kombination mit der relativ geringen Wärmeleitfähigkeit der Titanaluminide führt in der Randschicht zu lokalen Überhitzungen und in der Folge zu quantitativ nicht erfaßbaren Aluminiumabdampfungen. Da der ausgeprägte Stromfluß im Skinlayer

25

ein Wesensmerkmal der hochfrequenten Wechselstromfelder darstellt und somit nicht vermeidbar ist, besteht die einzige Möglichkeit zur Reduzierung der Aluminiumabdampfungen in einer Verkürzung der Verweilzeit des Materials im elektromagnetischen Feld. Durch gleichmäßiges Vorheizen der Abtropfelektrode,

30

mittels induktiver Erwärmung (Mittelfrequenz ca. 500 Hz bis 4 kHz) auf Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes der Legierung, wird die im Feld zum Schmelzen notwendige Energie bzw. Leistung um den Betrag der bereits eingebrachten Energie reduziert. Damit verkürzt sich für ein einzelnes Volumenelement und in der Summe für die gesamte Abtropfelektrode entweder die Verweilzeit im Wechselstromfeld und

daraus resultierend erhöht sich die Abschmelzleistung, oder aber es kann insgesamt mit geringeren Leistungen in der HF-Spule gefahren werden. Aus den dargelegten Forderungen und Folgerungen ergibt sich, daß die Auslegung bzw. Leistungsdimensionierung des Außenschwingkreises und der HF-Frequenz nur im engen Wechselspiel mit der Auslegung der Elektrodenvorheizung sinnvoll ist. Die Vorschubgeschwindigkeiten für die Elektroden sollen in einem solchen Bereich regelbar sein, daß für Elektrodendurchmesser von 150 mm Abtropfgeschwindigkeiten entsprechend der Massenflußraten von mindestens 50 kg/h gefahren werden können.

10

Bei Anwendung des PACHM-Verfahrens wird der Schmelzprozess durch Plasmabrenner realisiert. Die Plasmabrenner erfüllen zwei Funktionen: das Erschmelzen des Ausgangsmaterials und das Erhalten konstanter Umgebungsbedingungen während des Blockabzugs. Ausgangsmaterial, in Form von mechanisch zerkleinerten vorlegierten Compacts, wird sukzessive über eine hydraulische Rampe in die Schmelzkammer nachchargiert. In dem wassergekühlten Kaltwandtiegel aus Kupfer wird das Material schließlich mit Hilfe der Plasmabrenner aufgeschmolzen. Der Kaltwandtiegel ("Kalter Herd") dient als „Beseitigungsinstrument“ von unerwünschten hochdichten (Wannenboden) und niederdichten Einschlüssen (aufschwimmende Schlacke) der Schmelze und als „Reservoir“ für die Versorgung des Systems Tiegel-Blockabzug mit geschmolzenem Material. Die Stromstärke der Plasmabrenner über dem kalten Herd liegen zwischen 275-550 A, können aber je nach Art und Anzahl der verwendeten Plasmabrenner variieren.

25

Im nächsten Schritt wird die Schmelze dem Kaltwand-Induktionstiegel zugeführt. In dem mit einem mit beweglichem Boden ausgestatteten KIT wird durch die Rührwirkung des elektromagnetischen Feldes die Homogenität der Schmelze in einem größeren, weitgehend konstant gehaltenem schmelzflüssigen Volumen weiter verbessert. Die Verweilzeit der Schmelze im Tiegel beträgt etwa 20 min bis 45 min. Das Skull-Schmelzen im Kaltwandinduktionstiegel (KIT) ist eine seit Jahren industriell etablierte Technik. Dabei wird durch elektromagnetische Induktion in einem wassergekühlten Kupfertiegel ein Feld erzeugt, das zur Erwärmung bzw. Schmelzen der Materialien genutzt wird. Gleichzeitig drücken die auftretenden Lorenzkkräfte das

30

Schmelzmaterial teilweise von den Tiegelwänden ab und etablieren eine Umlaufströmung in der Schmelze, die in der Konsequenz zu einer guten Durchmischung der Schmelzphase führt. Im Bereich des Tiegelbodens und im unteren Teil der Tiegelwand kommt es, bedingt durch die Form des elektromagnetischen Feldes zur Ausbildung einer arteigenen festen Randschale (Skull). Dieser Skull, in Kombination mit der durch die Lorentzkräfte erzeugten freien Oberfläche, verhindert den direkten Kontakt des Schmelzmaterials mit dem Tiegel, so daß für die gesamte Schmelzphase die Kontaminationsgefahr beseitigt und die Anlagensicherheit gewährleistet sind.

10

Die kontinuierliche Speisung des KIT's mit Schmelzgut wird im Falle des induktiven Abschmelzens durch das angeschlossene Elektrodenmagazin ermöglicht, das mehrere Elektroden gleichzeitig aufnehmen kann, die dann nacheinander abgeschmolzen werden. Im Falle des PACHM-Verfahrens erfolgt das Nachchargieren von mechanisch zerkleinerten vorlegiertem Material über eine hydraulische Rampe.

15

Der Bodenskull, der in seiner Dicke und seinem Habitus direkt von der Form des Induktionsfeldes abhängt, bietet den Ansatzpunkt für eine mögliche Halbzeugherstellung. Wenn nämlich während des Prozesses der Boden abgesenkt wird, reagiert das System in der Weise, daß sich ein neuer Gleichgewichtszustand ausbildet und somit auf den alten Bodenskull eine neue Schicht aufwächst. Die kontinuierliche Absenkung des Bodens führt damit zu einem System sich ständig anpassender Gleichgewichtszustände und in Folge zu einer nahezu kontinuierlich aufwachsenden Bodenschicht. Da die Grundfläche des Bodenskulls über den Tiegelboden festgelegt ist, führt das Aufwachsen neuer Schichten in der Konsequenz zur Entstehung eines Halbzeugs (Block). Allerdings bedingt der ständige Masseaustrag aus dem KIT auch die Zufuhr des neuen schmelzflüssigen Materials.

20

25

30

Die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke erfolgt vorzugsweise mit Hilfe von wassergekühlten Cu-Segmenten.

Durch den Blockabzug aus dem KIT wird ein chemisch homogener und weitestgehend porenfreier Ingot hergestellt. Bei diesem Verfahren ist der Durchmesser des KIT in großen Bereichen frei wählbar, so daß eine variable Wahl

im Ingotdurchmesser besteht. Die Abzugsgeschwindigkeiten können dabei vorzugsweise in einem Bereich von 0 bis 50 mm/min liegen.

Die erfindungsgemäß hergestellten Produkte können zu verschiedenen Zwecken eingesetzt werden. In erster Linie werden aus ihnen in einem ersten Umformschritt (Strangpressen) Halbzeuge gefertigt, die zur Weiterverarbeitung in der Umformroute (Schmieden, Walzen) eingesetzt werden. Zur Herstellung von Bauteilen auf γ -TiAl-Basis über die Umformroute werden Ingots hoher struktureller und chemischer Qualität benötigt. Bei den Bauteilen handelt es sich zum Beispiel um Ventile und Turbinenschaufeln, die über ein ausgezeichnetes Eigenschaftsprofil verfügen und den höchsten Anforderungsbedingungen standhalten müssen.

Des weiteren können die erfindungsgemäßen Produkte auch als Remelter-Stocks zur Fertigung von Gußrohlingen über den Feinguß oder Schleuderguß dienen. Remelter-Stocks werden als Ausgangsmaterial für die Feinguß- und Schleudergußroute benötigt. Die chemische und strukturelle Qualität steht hier nicht im Vordergrund, da das Material –im Gegensatz zu den Ingots- nochmals erschmolzen wird. Deshalb kann bei dem erfindungsgemäßen Verfahren auf die Stufe (ii) verzichtet und die gepreßten Elektroden unmittelbar induktiv abgeschmolzen werden bzw. vorgemischte Compacts über das PACHM-Verfahren erschmolzen werden. Die Feingußroute dient zur Herstellung von Bauteilen mit anspruchsvollem Design und komplexen Anforderungsprofilen. Als Beispiel sei hier der bereits kommerzialisierte Turbolader auf Basis von γ -TiAl genannt. Beim Schleuderguß handelt es sich um ein kostengünstiges Verfahren zur Herstellung von Massenbauteilen (z.B. Ventilen) mit einfachem Design und Anforderungsprofilen. Die Herstellung von Remelter-Stocks über das erfindungsgemäße Verfahren führt zu Produkten, die deutlich homogener sind als die entsprechenden Produkte des Standes der Technik, und können durch den Blockabzug in einer beliebigen zylindrischen Dimension hergestellt werden, während man bei dem bislang angewandten Verfahren auf die Abmessungen der vorhandenen Kokille angewiesen war. Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist es möglich, den Durchmesser und die Länge der Remelter-Stocks frei zu wählen und damit unmittelbar jeden Kundenwunsch auf einfache Weise berücksichtigen zu können.

Die nachfolgenden Beispiele zur konkreten Ausgestaltung der Erfindung dienen zur besseren Erläuterung.

Beispiel 1 (s. Fig. 4):

5

Das Beispiel erläutert die Herstellung eines Stranggussblockes aus einer γ -TiAl-Legierung mit der Zusammensetzung Ti -46,5Al -4(Cr,Nb,Ta,B) (Angaben in at.-%) mit einem Durchmesser von 180 mm und einer Länge von 2.600 mm.

- 10 Der erste Schritt besteht in der Herstellung von 4 einfach VAR-geschmolzenen Elektroden mit einem Durchmesser von 150 mm und einer Länge von 1.000 mm aus Presselektroden, die alle Legierungsbestandteile in Form von Ti-Schwamm, Al-Granalien und geeigneten Vorlegierungen für Cr, Nb, Ta und B enthalten. Die noch nicht homogenen Stäbe dienen als Elektroden für die Herstellung von
- 15 vorhomogenisiertem, schmelzflüssigem Material über das induktive Abschmelzen in einer HF-Spule. Die Elektroden sind am Fußpunkt kegelförmig ausgestaltet, wobei der Anstellungswinkel etwa 45° beträgt.

- Beim induktiven Abschmelzen wird eine Elektrode aus dem alle 4 Elektroden fassenden Magazin der ebenfalls kegelförmig ausgebildeten HF-Abschmelzspule
- 20 zugeführt und induktiv in einen abgeschmolzen. Die Schmelze entsteht an der gesamten Kegeloberfläche und läuft an der Kegelspitze zu einem Schmelzstrahl, in dem das Material vorhomogenisiert wird, zusammen. Die Schmelze gelangt unter Nutzung der Schwerkraft in den sich unter der Abschmelzspule befindlichen
- 25 Kaltwand-Induktionstiegel. Die Frequenz am Außenschwingkreis der Abschmelzspule beträgt 80,6 kHz. Durch gleichmäßiges Vorheizen der Abtropfelektrode mittels induktiver Erwärmung (Mittelfrequenz etwa 500 Hz bis 1 kHz) über eine oberhalb der Abschmelzspule angebrachte Hilfsspule auf Temperaturen unterhalb des Schmelzpunkts der Legierung (ca. 1300°C) wird eine
- 30 erhöhte Schmelzleistung von über 50 kg / h erreicht. Die Elektrode wird mit einer Geschwindigkeit von 4 Upm gedreht; die Absenkgeschwindigkeit beträgt ca. 12 mm/min.

Das vorhomogenisierte, schmelzflüssige Material fällt in einen Kaltwand-Induktionstiegel mit einem nach unten abziehbaren Boden. Der Durchmesser des Tiegels beträgt 180 mm. Die Schmelze erstarrt im unteren Bereich des Tiegels und wird kontinuierlich nach unten abgezogen. Die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke erfolgt mit wassergekühlten Kupfer-Segmenten. Die Abzugsgeschwindigkeit beträgt ca. 1 mm/min. Die durchschnittliche Verweilzeit der Schmelze zur Homogenisierung im Kaltwand-Induktionstiegel beträgt ca. 20 min, was einer Badhöhe von etwa 160 mm entspricht. Die Bad-Temperatur liegt bei 1580 °C und die Frequenz, die an der den Tiegel umgebenden Induktionsspule anliegt, beträgt 12 kHz.

Nachdem die erste Elektrode abgeschmolzen ist, wird die zweite Elektrode in die erforderliche Position gefahren und bis zum Abschmelzen erwärmt, wobei der Strangabzug während dieser Zeit unterbrochen wird. Danach wird der Prozess wie beschrieben fortgeführt, bis alle 4 Elektroden des Magazins abgeschmolzen sind.

Das Verfahren kann sowohl unter Vakuum als auch unter Schutzgas durchgeführt werden.

Der erhaltene Block besitzt einen Durchmesser von ca. 180 mm und eine Gesamtlänge von 2.600 mm und zeichnet sich durch eine sehr gute chemische und strukturelle Homogenität aus. Die lokalen Schwankungen für Aluminium und Titan sind kleiner als $\pm 0,5$ at.%, die der Elemente Cr, Nb und Ta kleiner als $\pm 0,2$ at.% und die für B kleiner als $\pm 0,05$ at.%.

Beispiel 2 (s. Fig. 5):

Das Ausführungsbeispiel 2 unterscheidet sich durch die Art und Weise der Erzeugung des schmelzflüssigen Materials und der Zufuhr in den KIT vom Ausführungsbeispiel 1. Das Verfahren wird unter He-Schutzgas durchgeführt. Eine Alternative zum induktiven Abschmelzen bietet der PACHM-Prozeß (Plasma Arc Cold Hearth Melting). In der vorliegenden Ausgestaltung wird das Ausgangsmaterial in Form von einfach VAR-geschmolzenen Elektroden entsprechend Beispiel 1 mittels eines He-Plasmabrenners (150kW) in einem wassergekühlten Kupfertiegel

erschmolzen und über eine ebenfalls mit einem He-Plasmabrenner (150 kW) befeuerte wassergekühlte Rinne weitergeführt. Die Stromstärke der Plasmabrenner über dem kalten Herd liegt bei ca. 500 A. Die flüssige Legierungsschmelze fließt im materialeigenen Skull bis zu einem Überlauf oberhalb des KIT, von wo es

5 kontinuierlich in den KIT fließt. Das Ausgangsmaterial wird kontinuierlich über eine hydraulisch angesteuerte Rampe nachchargiert. Der kalte Tiegel übernimmt zwei Hauptfunktionen: Neben einem Reservoir für vorhomogenisiertes, schmelzflüssiges Material dient er zusätzlich als Ablagerungsstätte für unerwünschte hochdichte und keramische Einschlüsse.

10

Der weitere Prozeß verläuft analog des im Beispiel 1 beschriebenen Ablaufs.

Die angegebenen technischen Daten in den Beispielen sollen die Erfindung in keiner Weise beschränken. Insbesondere die Anzahl, Art und Leistung der Plasmabrenner,

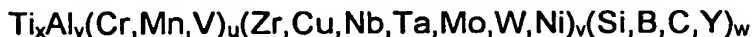
15 das Material für die kalten Tiegel, Leistung und Frequenzbereiche der Induktionsspulen, Durchmesser des KIT, Badhöhen der Schmelzen im KIT und Vorschub- bzw. Abzugsgeschwindigkeiten können im Rahmen des Standes der Technik variiert werden, ohne dass die Erfindung damit beeinträchtigt wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-
Ingots durch kontinuierlichen oder quasi-kontinuierlichen Strangabzug aus einem
5 Kaltwand-Induktionstiegel, dadurch gekennzeichnet, dass das Legierungsmaterial
in schmelzflüssigem und vorhomogenisiertem Zustand kontinuierlich oder quasi-
kontinuierlich einem Kaltwand-Induktionstiegel zugeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass intermetallische
10 Legierungs-Ingots auf γ -TiAl-Basis hergestellt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß sich die
Legierungen durch die folgende Summenformel beschreiben lassen:



wobei die Konzentrationen der Legierungsbestandteile innerhalb der folgenden
Grenzen liegen (angegeben in at. %):

$$x = 100 - y - u - v - w$$

$$y = 40 \text{ bis } 48, \text{ vorzugsweise } 44 \text{ bis } 48$$

$$u = 0,5 \text{ bis } 5$$

$$v = 0,1 \text{ bis } 10 \text{ und}$$

$$w = 0,05 \text{ bis } 1.$$

4. Verfahren zur Herstellung von metallischen und intermetallischen Legierungs-
Ingots hoher Homogenität und geringer Porosität mit beliebig einstellbarem
Durchmesser nach Anspruch 1; dadurch gekennzeichnet, daß es auf der
folgenden Abfolge basiert :

- (i) Herstellung von Elektroden durch übliches Vermischen und Verpressen der
ausgewählten Ausgangsstoffe,
- (ii) Mindestens einmaliges Umschmelzen der in Stufe (i) erhaltenen Elektroden
durch ein übliches schmelzmetallurgisches Verfahren

- (iii) induktives Abschmelzen der in Stufe (i) oder (ii) erhaltenen Schmelze in einer Hochfrequenzspule,
 - (iv) Homogenisieren des in Stufe (iii) erhaltenen vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials in einem Kaltwandinduktionstiegel; und
 - 5 (v) Abziehen der unter Kühlung erstarrten Schmelze aus dem Kaltwandinduktionstiegel von Stufe (iv) in Form von Blöcken mit frei einstellbaren Durchmessern und Längen.
- 10 5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es auf der folgenden Abfolge basiert :
- (i) Herstellung von Elektroden durch übliches Vermischen und Verpressen der ausgewählten Ausgangsstoffe,
 - 15 (ii) Mindestens einmaliges Erschmelzen der in Stufe (i) erhaltenen Elektroden durch ein übliches schmelzmetallurgisches Verfahren
 - (iii) Erzeugung eines vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials aus dem in Stufe (ii) erhaltenen Elektrodenmaterial durch Aufschmelzen in einem Plasmaofen mit kaltem Tiegel
 - 20 (iv) Homogenisieren des in Stufe (iii) erhaltenen vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials in einem Kaltwand-Induktionstiegel, und
 - (v) Abziehen der unter Kühlung erstarrten Schmelze aus dem Kaltwandinduktionstiegel von Stufe (iv) in Form von zylindrischen Blöcken mit frei einstellbaren Durchmessern und Längen.
- 25
6. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Schmelzprozeß zur Erzeugung des vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials in einem Hochfrequenzfeld mit einer Frequenz im Bereich von 70 bis 300 kHz erfolgt
- 30
7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des vorhomogenisierten, schmelzflüssigen Materials zwischen 1400 bis 1600 °C liegt.

8. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die zur Herstellung des schmelzflüssigen, vorhomogenisierten Materials mittels Induktionsspule verwendeten Elektroden (iii) rotieren, vorzugsweise mit einer Geschwindigkeit zwischen 2 und 6 Upm.

5

9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren quasi-kontinuierlich durchgeführt wird, indem im Falle des induktiven Abschmelzens eine oder mehrere Elektroden quasi-kontinuierlich nachgeführt werden, während gleichzeitig ein Block aus dem Kaltwand-Induktionstiegel abgezogen wird.

10

10. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Homogenisierung im Kaltwandinduktionstiegel in Stufe (iv) bei einer Temperatur von 1400 bis 1700°C erfolgt.

15

11. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Homogenisierung im Kaltwandinduktionstiegel in Stufe (iv) in einem Frequenzbereich von 4 bis 20 kHz erfolgt.

20

12. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Kühlung der Schmelze beim Abziehen der Blöcke in Stufe (v) mit Hilfe von wassergekühlten Kupfer-Segmenten erfolgt.

25

13. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Durchmesser der in Stufe (v) abgezogenen Blöcke im Bereich von 40 bis 350 mm liegt.

30

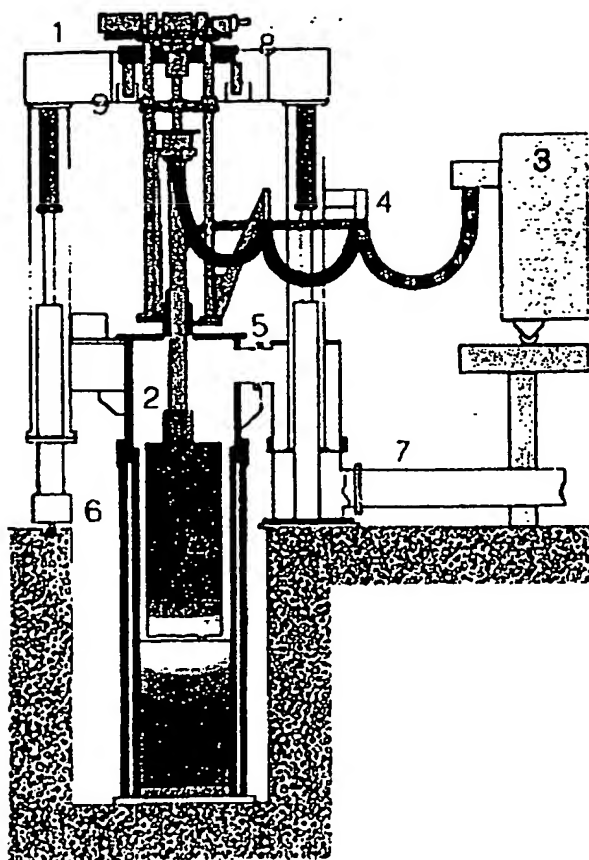
14. Nach den Ansprüchen 1 bis 3 hergestellte Legierungs-Ingots auf γ -TiAl-Basis, gekennzeichnet durch

(a) ein Verhältnis Länge zu Durchmesser von >12

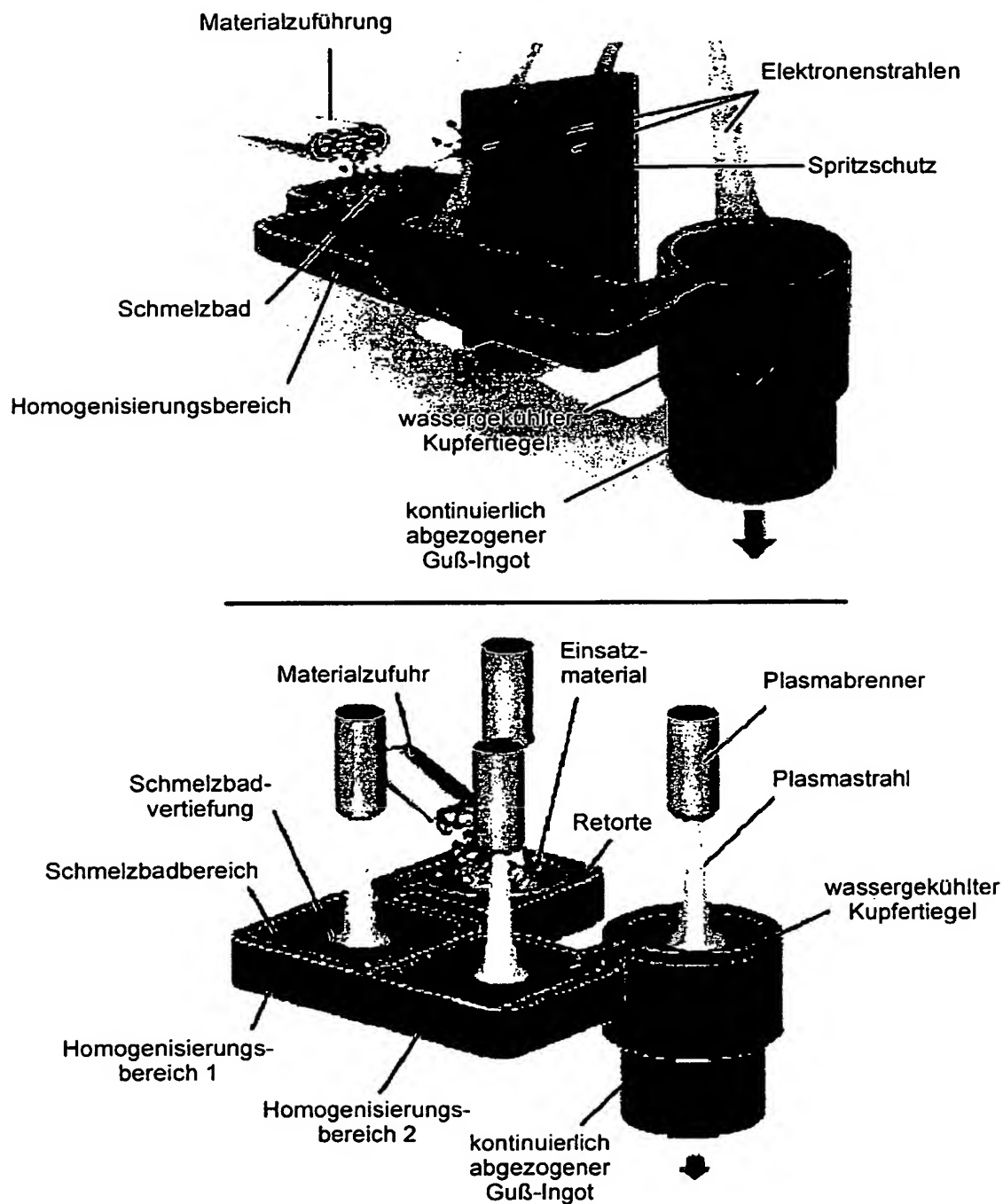
(b) eine Homogenität bezogen auf lokale makroskopische Schwankungen des Aluminiums und Titans von maximal $\pm 0,5$ at.%, weiterer metallischer

Legierungsbestandteile von maximal $\pm 0,2$ at.% und nichtmetallischer
Legierungszusätze (Bor, Kohlenstoff, Silizium) von maximal $\pm 0,05$ at. %.

1/4

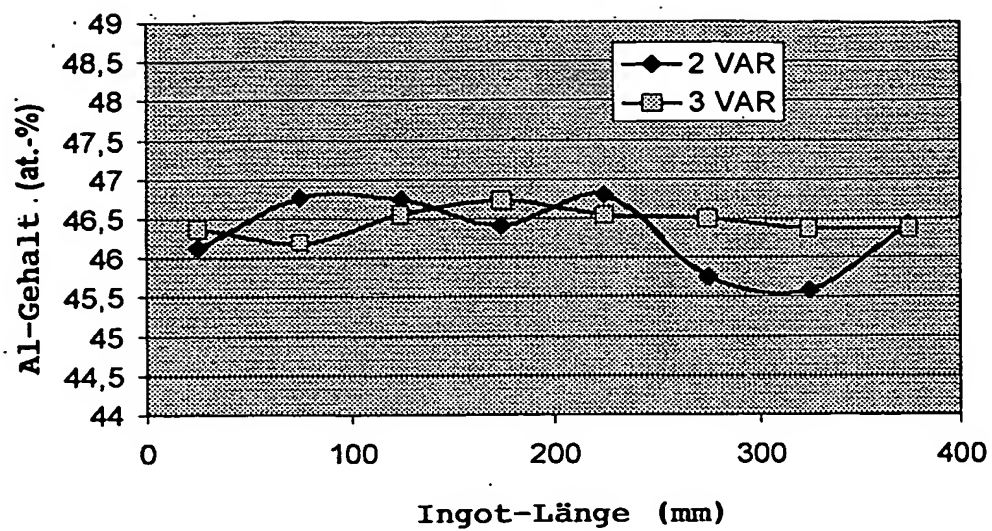


Figur 1

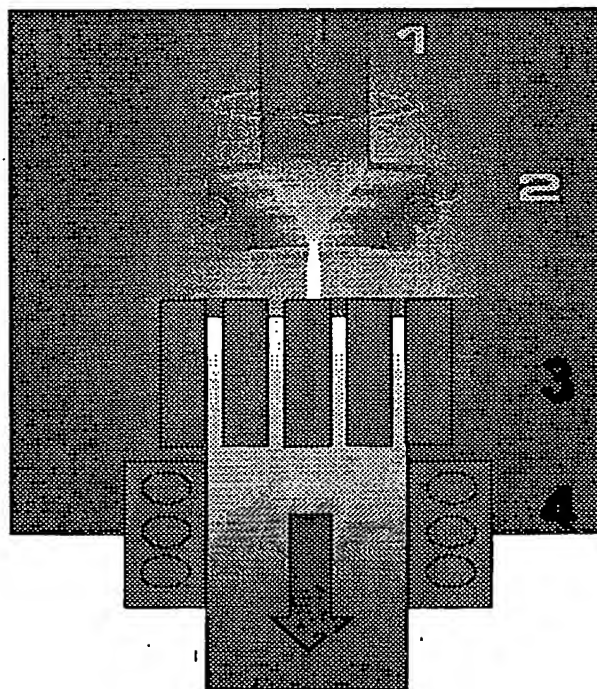


Figur 3

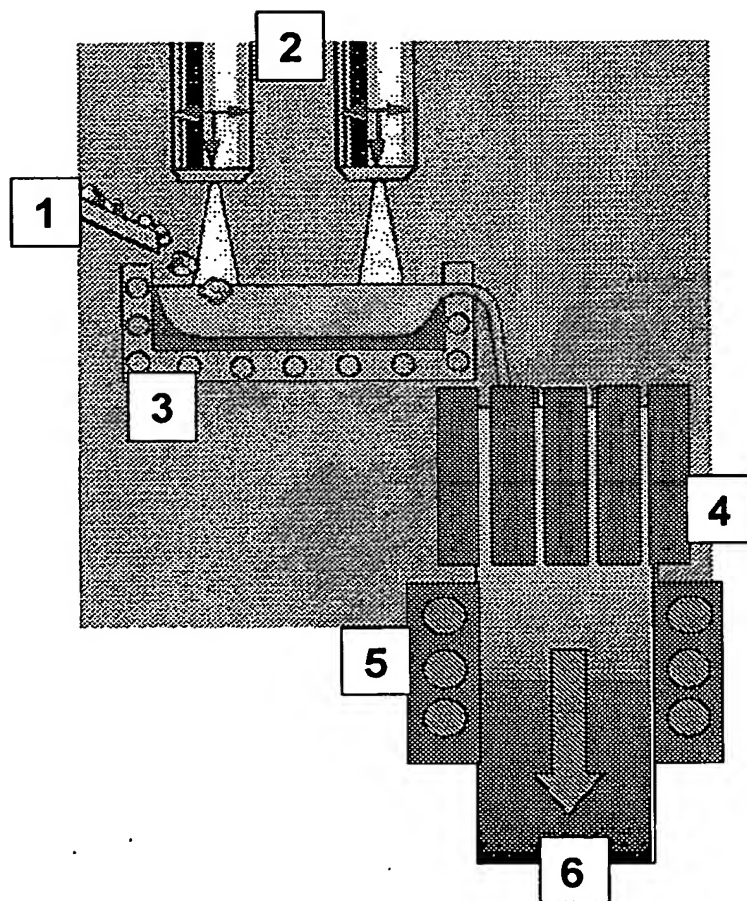
3/4



Figur 2



Figur 4



Figur. 5

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
22. Mai 2003 (22.05.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2003/041896 A3

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: B22D 23/10,
7/00, C22C 1/02, B22D 11/00, 11/11

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2002/012668

(22) Internationales Anmeldedatum:
13. November 2002 (13.11.2002)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
101 56 336.1 16. November 2001 (16.11.2001) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): ALD VACUUM TECHNOLOGIES AG.

[DE/DE]; Wilhelm-Rohn-Strasse 35, 63450 Hanau (DE).
GFE GESELLSCHAFT FÜR ELEKTROMETAL-
LURGIE mbH [DE/DE]; Höfener Strasse 45, 90431
Nürnberg (DE). GKSS-FORSCHUNGSZENTRUM
GEESTHACHT GMBH [DE/DE]; Max-Planck-Strasse,
21502 Geesthacht (DE).

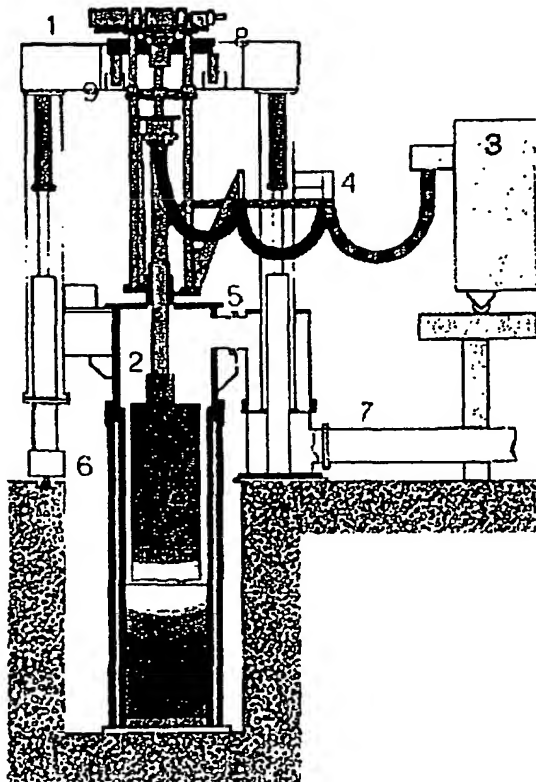
(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): BLUM, Matthias
[DE/DE]; Furtwiese 19, 63654 Büdingen (DE). JAR-
CZYK, Georg [DE/DE]; Albert-Schweizer-Strasse
20, 63538 Grosskrotzenburg (DE). CHATTERJEE,
Anita [DE/DE]; Glockendonstrasse 16, 90429 Nürnberg
(DE). FÜRWITT, Willy [DE/DE]; Narzissenstrasse 21,
90768 Fürth (DE). GÜTHER, Volker [DE/DE]; Saar-
länder Strasse 3, 90559 Burgthann (DE). CLEMENS,
Helmut [AT/DE]; Soltaustrasse 17, 21029 Hamburg
(DE). DANKER, Heinz [DE/DE]; Tannenweg 6B,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING ALLOY INGOTS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON LEGIERUNGS-INGOTS



(57) Abstract: The invention relates to a method for produc-
ing metallic and intermetallic alloy ingots by continuously or
quasi-continuously drawing billets out of a cold-wall induction
crucible. The invention is characterized in that the alloy mate-
rial is continuously or quasi-continuously supplied in a molten
and pre-homogenized state to a cold-wall induction crucible.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren
zur Herstellung von metallischen und intermetallischen
Legierungs-Ingots durch kontinuierlichen oder quasi-kontinu-
ierlichen Strangabzug aus einem Kaltwand-Induktionstiegel,
dadurch gekennzeichnet, daß das Legierungsmaterial
in schmelzflüssigem und vorhomogenisiertem Zustand
kontinuierlich oder quasi-kontinuierlich einem Kaltwand-In-
duktionstiegel zugeführt wird.



21502 Geesthacht (DE). GERLING, Rainer [DE/DE]; Blocksberg 8, 21465 Reinbek (DE). SASSE, Friedhelm [DE/DE]; Am Stadtfeld 15, 21447 Handorf (DE). SCHIMANSKY, Frank-Peter [DE/DE]; Bellevueberg 23A, 21502 Geesthacht (DE).

eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(74) **Anwälte:** ABITZ, Walter usw.; Abitz & Partner, Poschingerstrasse 6, 81628 München (DE).

(81) **Bestimmungsstaaten (national):** AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW),

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

(88) **Veröffentlichungsdatum des internationalen Recherchenberichts:**

10. Juni 2004

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 02/12668

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B22D23/10 B22D7/00 C22C1/02 B22D11/00 B22D11/11

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B22D C22C F27B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 99/05330 A (COGEMA ;PETIT JANY (FR); HURBIN VERONIQUE (FR); PHILIPPE LAURENT () 4 February 1999 (1999-02-04) page 10, line 3 -page 11, line 10; figure 1	1,6
A	DE 196 50 856 A (ALD VACUUM TECHN GMBH) 10 June 1998 (1998-06-10) cited in the application claims 1-8; figure	1-14
A	DE 198 52 747 A (ALD VACUUM TECHN AG) 18 May 2000 (2000-05-18) cited in the application - claims 1-6; figure 1	1-14



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

E earlier document but published on or after the international filing date

L document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

O document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

P document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

Z document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

19 April 2004

Date of mailing of the international search report

29/04/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Mailliard, A

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 02/12668

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 0 477 784 A (KAWASAKI STEEL CO ;OSAKA TITANIUM (JP)) 1 April 1992 (1992-04-01) page 3, line 7 - line 28; figure 1 ----	1-14
A	DE 41 02 101 A (LEYBOLD AG) 30 July 1992 (1992-07-30) cited in the application column 3, line 3 - line 35; figure 1 ----	8
A	US 4 730 661 A (STEPHAN HERBERT) 15 March 1988 (1988-03-15) column 5, line 7 -column 6, line 5; figures 1,2 -----	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 02/12668

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9905330	A	04-02-1999	FR 2766497 A1	29-01-1999
			AT 227352 T	15-11-2002
			CA 2297299 A1	04-02-1999
			DE 69809259 D1	12-12-2002
			EP 1007749 A1	14-06-2000
			WO 9905330 A1	04-02-1999
			JP 2001511480 T	14-08-2001
			US 6409791 B1	25-06-2002
DE 19650856	A	10-06-1998	DE 19650856 A1	10-06-1998
DE 19852747	A	18-05-2000	DE 19852747 A1	18-05-2000
			AT 223509 T	15-09-2002
			DE 59902539 D1	10-10-2002
			EP 1006205 A2	07-06-2000
			ES 2182447 T3	01-03-2003
			JP 2000144279 A	26-05-2000
			US 2003010472 A1	16-01-2003
EP 0477784	A	01-04-1992	JP 3000109 B2	17-01-2000
			JP 4130009 A	01-05-1992
			DE 69130556 D1	14-01-1999
			DE 69130556 T2	29-04-1999
			EP 0477784 A1	01-04-1992
			NO 913689 A	23-03-1992
			US 5510095 A	23-04-1996
DE 4102101	A	30-07-1992	DE 4102101 A1	30-07-1992
			JP 2597261 B2	02-04-1997
			JP 5065508 A	19-03-1993
			US 5284329 A	08-02-1994
US 4730661	A	15-03-1988	DE 3527628 A1	05-02-1987
			FR 2585596 A1	06-02-1987
			GB 2178352 A ,B	11-02-1987
			JP 62033044 A	13-02-1987

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 02/12668

A. KLASSTIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 B22D23/10 B22D7/00 C22C1/02 B22D11/00 B22D11/11

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 B22D C22C F27B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 99/05330 A (COGEMA ;PETIT JANY (FR); HURBIN VERONIQUE (FR); PHILIPPE LAURENT () 4. Februar 1999 (1999-02-04) Seite 10, Zeile 3 -Seite 11, Zeile 10; Abbildung 1	1,6
A	DE 196 50 856 A (ALD VACUUM TECHN GMBH) 10. Juni 1998 (1998-06-10) in der Anmeldung erwähnt Ansprüche 1-8; Abbildung	1-14
A	DE 198 52 747 A (ALD VACUUM TECHN AG) 18. Mai 2000 (2000-05-18) in der Anmeldung erwähnt Ansprüche 1-6; Abbildung 1	1-14



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

19. April 2004

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

29/04/2004

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax. (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Mailliard, A

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 02/12668

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 0 477 784 A (KAWASAKI STEEL CO ;OSAKA TITANIUM (JP)) 1. April 1992 (1992-04-01) Seite 3, Zeile 7 - Zeile 28; Abbildung 1 ----	1-14
A	DE 41 02 101 A (LEYBOLD AG) 30. Juli 1992 (1992-07-30) in der Anmeldung erwähnt Spalte 3, Zeile 3 - Zeile 35; Abbildung 1 ----	8
A	US 4 730 661 A (STEPHAN HERBERT) 15. März 1988 (1988-03-15) Spalte 5, Zeile 7 -Spalte 6, Zeile 5; Abbildungen 1,2 -----	1

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 02/12668

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9905330	A	04-02-1999	FR 2766497 A1	29-01-1999
			AT 227352 T	15-11-2002
			CA 2297299 A1	04-02-1999
			DE 69809259 D1	12-12-2002
			EP 1007749 A1	14-06-2000
			WO 9905330 A1	04-02-1999
			JP 2001511480 T	14-08-2001
			US 6409791 B1	25-06-2002
DE 19650856	A	10-06-1998	DE 19650856 A1	10-06-1998
DE 19852747	A	18-05-2000	DE 19852747 A1	18-05-2000
			AT 223509 T	15-09-2002
			DE 59902539 D1	10-10-2002
			EP 1006205 A2	07-06-2000
			ES 2182447 T3	01-03-2003
			JP 2000144279 A	26-05-2000
			US 2003010472 A1	16-01-2003
EP 0477784	A	01-04-1992	JP 3000109 B2	17-01-2000
			JP 4130009 A	01-05-1992
			DE 69130556 D1	14-01-1999
			DE 69130556 T2	29-04-1999
			EP 0477784 A1	01-04-1992
			NO 913689 A	23-03-1992
			US 5510095 A	23-04-1996
DE 4102101	A	30-07-1992	DE 4102101 A1	30-07-1992
			JP 2597261 B2	02-04-1997
			JP 5065508 A	19-03-1993
			US 5284329 A	08-02-1994
US 4730661	A	15-03-1988	DE 3527628 A1	05-02-1987
			FR 2585596 A1	06-02-1987
			GB 2178352 A , B	11-02-1987
			JP 62033044 A	13-02-1987